SNI 06-0029-1987

Standar Nasional Indonesia

Karbon dioksida cair

ICS 71.100.20

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Halaman

Karbon dioksida cair

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi, klasifikasi, syarat mutu, cara penngambilan contoh, pengemasan, dan cara uji karbon dioksoda cair (zat asam arang).

2 Definisi

Zat asam arang (karbon dioksida) dengan rumus kimia CO_2 menurut sifat physsing dapat berwujud padat, cair, atau gas.

3 Klasifikasi

Zat asam arang menurut penggunaannya diklasifikasikan dalam 2 jenis, yaitu :

Jenis I : Mutu untuk industri

Jenis II : Mutu untuk makanan dan minuman

4 Syarat mutu

Masing-masing jenis zat asam arang harus memenuhi syarat-syarat dalam Tabel di bawah ini :

Unsur	Jenis I	Jenis II
Karbon dioksida	99,7% vol min.	99,7% min
Karbon monoksida	-	10 vpm. Maks
Minyak	-	5 vpm maks
senyawa belerang dihitung sebagai H_2S	-	0,5 ppm maks
Arsen	-	tak ternyata
Kadar air	0,05% berat maks	0,05 mg/m^3

5 Cara pengambilan contoh

Contoh harus diambil secara acak dari kelompok yang dinilai.

Cara-cara pengambilan contoh harus memenuhi syarat-syarat yang ditentukan dalam standar ini.

Jumlah contoh yang harus diambil serta maksimum kegagalan contoh untuk meluluskan kelompok harus memenuhi syarat-syarat dalam tabel pengambilan conoh dan syarat pelulusan.

Setiap contoh dari setiap botol hasil dari pengambilan contoh harus diuji secara terpisah.

Apabila dalam penilaiannya kelompok botol yang dinilai tidak memenuhi syarat pelulusan maka pengambilan contoh dan penilaiannya dapat diulang kembali dengan persyaratan-persyaratan yang sama.

Pengambilan contoh dan pengujian ulangan, menentukan.

Tabel 1 – Pengambilan contoh dan syarat pelulusan

kelompok (lot) botol (N)	Contoh (min) yang diambil dari N botol (n)	Maksimum kegagalan contoh untuk meluluskan kelompok
3 – 8	3	0
9 – 15	3	0
16 – 25	3	0
26 – 40	3	0
41 – 65	4	1
66 – 110	5	2
111 – 180	7	2
181 – 300	10	4
301 – 500	15	7
di atas 500	20	8

6 Cara pengemasan

Botol pengemas zat asam harus memenuhi syarat-syarat dalam undang-undang dan peraturan keselamatan kerja yang telah diatur oleh Departemen Tenaga Kerja dan Transmigrasi.

7 Syarat penandaan

Pada setiap botol zat asam arang yang diperdagangkan harus dicantumkan nama atau merk produsen, jenis dan mutu zat asam arang yang diisikan, tekanan dan volume atau berat isinya.

Di samping itu penandaan gas-gas industri harus memenuhi syarat-syarat dalam UU dan peraturan keselamatan kerja yang telah diatur oleh Departemen Tenaga Kerja dan Transmigrasi.

8 Cara uji

8.1 Karbondioksida

Cara ORSAT.

Prinsip

Contoh dalam bentuk gas diabsorbsikan dengan larutan KOH dan % CO_2 dihitung dari berkurangnya volume gas yang diperiksa.

Alat ORSAT

Pereaksi

Larutan KOH 35%

100 ml gas dimasukkan dalam buret, lalu gas ini diabsorbsikan ke dalam larutan KOH.

Baca sisa volume gas dalam buret, lakukan pekerjaan ini beberapa kali sehingga sisa gas tidak berubah lagi.

$$\text{Kadar } CO_2 = \frac{100 - V}{100} \times 100$$

CO_2 = karbon dioksida dalam % volume
V = volume gas sisa (ml)

CATATAN Pengujian dilakukan pada suhu kamar
CATATAN Penetapan-penetapan kadar ini hrus dilakukan 3 kali terhadap 1 contoh, dan hasil rata-rata adalah hasil akhir.

8.2 Kadar Air

Cara phosphor pentoksida

Prinsip :

Volume tertentu contoh dalam bentuk gas dialirkan melalui P_2O_5 dalam tabung U, bertanbahnya berat tabung U adalah kadar air yang ada dalam contoh gas.

Alat

Pereaksi : P_2O_5

Alirkan contoh gas melalui tabung U dengan kecepatan 0,4 liter per menit.

$$\text{Kadar air } W = \frac{b - a}{w} \times 100$$

W = kadar air dalam % berat
a = berat tabung U sebelum absorbsi (g)
b = berat tabung U sesudah absorbsi (g)
w = berat gas yang dialirkan

$$w = \frac{(P - p)V}{760} \times \frac{273}{T} \times d$$

P = tekanan udara (mmHg)
V = Volume contoh (L)
T = suhu absolute (suhu kamar ^{o}C, 273)
P = tekanan uap jenuh (mmHg)

D = density gas pada 0^{o} C, 760 mm

CATATAN Penetapan harus dilakukan paling sedikit 3 kali untuk setiap contoh, dan hasilnya diambil rata-rata
CATATAN Untuk mutu II volume gas yang diperiksa 15 liter. Untuk mutu I volume gas yang diperiksa 100 liter.
CATATAN Botol L dapat diganti dengan "Wet gasmeter".

9 Lampiran

A. Cara Pengambilan Contoh

A.1. Garis besar pemilihan cara

Dalam beberapa hal pengambilan contohdilakukan secara langsungdan contoh diuapkan melalui alat penguapan (evaporator) dan sesudahnya langsung ke alat penganalisa. Dalam hal ini maka contoh ditempatkan dalam sebuah silinder contoh dan selanjutnya dibawa ke laboratorium.

A.2. Umum

Sambungan metal harus cukup kuat (riget) dan diusahakan sependek mungkin. Semua bagian-bagian komponen hendaknya memiliki kemampuan tekan tidak kurang dari 13.7 N/mm^2 (1980 lbf/in^2). Seperangkat silinder sebaiknya dimiliki untuk pengambilan contoh guna menentukan kadar minyak dan tidak dipakai untuk hal-hal lain.

Karbon tetraklorida yang dipakai untuk membersihkan silinder pengambilan contoh mestilah bermutu reagen analitis dan bebas minyak yang dibuktikan tidak adanya puncak serap infra merah pada 3,46/u.

Methanol yang dipakai untuk membersihkan silinder harus bermutu reagen analitis.

A.3. Pengambilan Contoh Langsung

Sambunglah kran pengambilan contoh dengan menggunakan sambungan metal padat (riget) kepada suatu alat penguap kemudian melalui T-piece di mana kaki bebas dihubungkan pada lute 5 cm air raksa yang ditutup dengan lapisan air pada bagian karbondioksida, menuju alat penganalisa. Bilaslah sambungan-sambungan, kran-kran, dan alat penguapan seluruhnya dengan karbondioksida sebelum mulai dengan pengambilan contoh.

A.4. Pengambilan Contoh dalam Silinder

Haruslah dipakai silinder berkapasitas 1.4 atau 2.0.1. yang mempunyai kran pada tiap ujunngnya. Sebuah tabung tembaga dengan diameter paling sedikit 5mm dan 1/3 panjang silinder mestilah diperkuat (brazed) sampai pada sebuah kran di bawahnya. Kran ini harus nyata-nyata dapat dillihat. Silinder bagian dalamnya dilapisi timah putih (mengandung 1%

masa timah hitam), yang diperoleh dengan pencelupan panas silinder itu setelah dinding-dindingnya dikikis.

Cara lain : silinder contoh dapat dibuat dari baja tahan karat. Silinder baja tahan karat itu mestilah diuji tekanannya, yang memenuhi syarat.

Mula-mula bersihkan silinder contoh dengan melepaskan kedua kran dan cucilah dengan karbon tetra klorida. Bilaslah dengan aliran uadara kering yang disaring. Cuci baik-baik dengan methanol dan ualangi lagi pembilasannya. Hilangkan gemuk pada kran dengan karbontetraklorida dan pasanglah kembali. Tinjanglah silinder secara vertikaldengan kran tabung celupan di bagian paling atas. Sebelum mengambil contoh, aliri silinder seluruhnya dengan sejumlah kecil karbondioksida, mula-mula melalui kran bagian atas dan kemudian melalui kran bagian bawah. Kemudian, dengan kran atas tertutup, bukalah kran bawah untuk memasukkan karbondioksida cair ke dalam silinder. Bukalah sedikit kran bagian atas dan lanjutkan pengisian sehingga salju karbon dioksida keluar dari kran ini. Tutuplah kedua kran.

Kemudian bukalah kran atas berulang kali sebentar-sebentar sehingga hanya gas karbon dioksida yang bebas dari padanya. Ujung yang bebas dari tabung celupan yang ada dalam silinder kemudian akan tepat berada di atas permukaan karbondioksida cair dalam silinder. Contoh mestilah secepatnya dianalisa setelah pengumpulan. Untuk menarik contoh dalam analisa, tunjanglah silinder pengambilan contoh vertical dengan kran tabung celupan pada bagian atas. Hubungkanlah kran bawah dari silinder pengambilan contoh (karbondioksida cair) dengan menggunakan sambungan metal padat (rigid) kepada penguap dan melalui T-piece yang dilengkapi dengan 2 kran pengontrol dengan alat penganalisa.

Bilaskan baik-baik sambungan-sambungan,kran-kran, dan alat penguapan seluruhnya dengan karbondioksida sebelum menganalisa. Bila mengambil contoh untuk menentukan kadar air, sambungan-sambungan panas di atas titik embun (dew point) untuk mencegah kondensasi selama pembilasan.

A.5. Alat Penguap

Tujuan alat ini adalah untuk mengubah karbondioksida cair menjadi gas. Alat penguap yang cocok mestilah dipakai seperti tampak pada gambar 1, dengan perincian pada gambar 2, 3, dan 4.

B. Cara untuk Menentukan Gas-Gas Residu

B.1. Garis Besar Cara

Contoh yang sudah diketahui volumenya pada tekanan atmosfir diserap dalam 600 g/l larutan potassium hydroksida. Gelembung-gelembung gas residdu yang tidak terserap tangkap dalam tabung berskala dengan kapasitas 0,5 ml dan volume gelembung diukur.

B.2. Alat-Alat

Alat dijelaskan dalam gambar 5, terdiri dari buret gas dengan kapasitas yang diketahui sangat teliti (kira-kira 100 ml) dilengkapi dengan kran penutup gas dengan kapasitas 0,5 ml dipasang antara kran atas dan badan buret. Kran A menghubunngkan buret baik dengan

pemasukkan gas karbondioksida maupun dengan bejana potassium hydroksid. Kran B menghubungkan buret baik dengan bejana air raksa maupun dengan atmosfir.

B.3. Reagen

Reagen yang dipakai mestilah yang bermutu analitis yang sudah diakui. Air menurut ketentuan SII.0075-75 haruslah dipakai.

a. larutan potassium hydroxid 600 g/l

b. air raksa bersih, kering, dan bebas gemuk.

B.4. Prosedur

a. Pengambilan Contoh

ambillah contoh secara langsung atau dalam silinder contoh dengan metoda yang telah diterangkan sebelumnya.

Kira-kira 300 ml gas karbondioksida diperlukan untuk setiap penentuan.

b. Penentuan

Bersihkan dan keringkan alat-alat dan isilah reservoir dengan air raksa. Aturlah kran-kran dan naikkan reservoir air raksa untuk mengisi buret gas dengan air raksa. Biarkan beberapa millimeter air raksa masuk ke dalam reservoir potassium hydroxid. Tutuplah kran A.

Tuanglah kira-kira 5 ml potassium hydroxid ke dalam reservoir potassium hydroxid.

Bukalah kran A dan atur permukaan air raksa sehingga tidak air raksa tertinggal dalam reservoir potassium hydroxid sehingga kran A terisi dengan larutan Potassium Hidroxid. Tutup kembali kran A. naikkan reservoir dan isi sepenuhnya gelas pemasukkan dengan air raksa. Sambungkan sepotong pipa fleksibel pada bagian pengeluaran T-piece yang berhubungan dengan alat penguapan dan bersihkan tabung ini dengan contoh karbon dioksida. Sambungkan pipa fleksibel dengan gelas pemasukkan dan dengan menurunkan reservoir air raksa, masukkanlah karbon dioksida melalui kran A ke dalam buret gas.

Bila hanya beberapa mm air raksa tertinggal dalam buret gas, putarlah kran B sehingga jumlah kecil air raksa ini hilang melalui karbon dioksida pipa pembilasan.

Teruskan lewatnya karbon dioksida melalui alat-alat dan keluar melalui purge line sampai dianggap bahwa pembersihan sudah selesai (2 menit).

Tutuplah kran A dan B, putuskan hubungan suplai gas dari gelas pemasukkan gas dan bukalah kran A sebentar kepada atmosfir.

Buret gas kemudian hendaknya terisi sepenuhnya dengan karbondioksida pada tekanan atmosfir.

Naikkan reservoir air raksa, buka pelan-pelan kran B dan biarkan air raksa masuk buret gas sampai kedalaman 3 – 5 mm.

Kemudian bukalah kran A untuk menghubungkan dengan bejana potassium hydroxid. Bila kira-kira larutan potassium hydroxid telah mengalir ke dalam buret, tutuplah kran A dan

naikkanlah reservoir air raksa untuk mempertahankan tekanan positif kira-kira 1 cm pada gas.

Lanjutkanlah penambahan kecil potassium hydroxid dengan cara ini sampai semua karbon dioksida terserap. Usahakan gelembung-gelembung kecil gas residu yang tertinggal di dalam alat masuk ke dalam tabung berskala dengan mengatur kran A dan permukaan air raksa.

Samakanlah tekanan-tekanan di dalam alat dan ukurlah volume gas dalam tabung berskala.

B.5. Kalibrasi alat-alat

Kalibrasi buret sampai ketelitian ± 0,2 ml dan kapilernya dengan ketelitian ± 0,02 ml dengan menggunakan metoda standar manapun.

B.6. Perhitungan

Gas-gas residu, persentase dalam volume

$$= \frac{V_1}{V_2} \times 100$$

Di mana

V_1 = volume gelembung gas residu dalam mm
V_2 = volume total buret gas dalam mm

C. Cara Untuk Menentukan Kadar Air

C.1. Garis besar cara

Kadar air contoh ditentukan secara gravimetric dengan melewatkan gas di atas phosporus pentoxida.

C.2. Alat-alat

a. Dua tabung penyerap. Berbentuk U dengan panjang bejana 100 mm, diameter tabung 12 mm, dilengkapi dengan lengan-lengan sisi dan tutup yang digosok dengan bubuk gelas. Tabung diisi dengan bahan pengering (lihat C3 di bawah) ditempatkan pada posisi dengan bantuan lapis-lapis kecil wool katun.

b. Meteran arus (jika dikehendaki), tipe pengmabang, mampu mengukur arus karbon dioksida dari 200 sampai 2000 ml/ menit.

c. Meteran gas, dikalibrasi untuk 1 atau 2,5 liter per putaran.

C.3. Bahan pengering

Saring kaca bubuk atau pasir yang dicuci bersih dan kering tahanlah bagian yang melalui saringan uji 25 mesh akan tetapi masih tinggal pada saringan uji 36 mesh. Segera pindahkan pada suatu wadah bertutup (botol timbang yang besar atau bejana kecil tertutup)

volume posporus pentoxida segar dan tambahkan setengah volume pasir atau kaca bubuk yang telah disediakan. Kocoklah wadah itu untuk mengaduk komponen-komponen dan isilah tabung U (lihat C.2.a di atas) secepat-cepatnya dengan campuran. Dengan persiapan tersebut bahan pengering akan menjadi sangat mudah untuk diisikan ke dalam tabung.

Bila tidak demikian halnnya, mungkin agaknya bahwa posporus pentoxida telah dalam keadaan lembab sebelum dicampur dengan pasir atau kaca bubuk. Siapkan bahan-bahan pengering dalam jumlah-jumlah kecil menurut keperluan.

C.4. Prosedur

a. Pengambilan Contoh

Pengambilan contoh dalam silinder menurut metoda yang diterangkan dalam A.4. Kira-kira 120 g karbondioksida diperlukan untuk tiap penentuan.

b. Penentuan

Sambunglah bagian pengeluaran T-piece yang berhubungan dengan alat penguapan (lihat A.5) dengan tabung-tabung penyerapan, meteran arus dan meteran gas dalam rangkaian menurut urutan itu. Bukalah hati-hati kran penngatur kran tabung penyerapan dan biarkan gas mengalir pada kira-kira 0,5 L/menit selam 10 menit; ini akan memindahkan udara dalam tabung-tabung penyerapan oleh karbondioksida.tutup semua kran putuskan hubungan tabung penyerapan dan bersihkanlah permukaan tabung dengan kain lunak dan kering. Tempatkan tabung penyerapan dalam timbangan selama 20 menit sebelum menimbang. Timbanglah tabung-tabung penyerapan sampai 0,5 mg yang terdekat. Sambunglah kembali tabung-tabung penyerapan. Cata pembacaan skala pada meteran gas, kemudian biarkan gas lewat pada kecepatan tetap antara 0,5 sampai 1,0 liter per menit selama 1 jam.

Tututplah kran-kran dank ran pengurang.

Catalah pembacaan skala meteran gas. Pindahkan tabung-tabung penyerapan pada keadaan seimbang dan biarkan keadaan itu selama 20 menit sebelum ditimbang ulang.

C.5. Perhitungan

$$\text{Kadar air persen menurut masa.} = \frac{54{,}29(m_1 - m_2)}{V_3}$$

Di mana
V_3 = volume pada 20^o C dan 760 mmHg gas yang lewat (liter)
m_1 = masa final tabung penyerap (gram)
m_2 = masa awal tabung penyerap (gram)

D. Metoda Untuk Penentuan Minyak

1. Garis besar metoda

Karbondioksida cair diuapkan dan minyak-minyak di dalamnya dihilanngkan dengan melewatkan gas-gas melalui karbon tetraklorida; minyak reside dalam silinder dihilangkan dengan pencucian dengan karbon tetraklorida lain dan kedua larutan karbon tetraklorida digabungkan untuk penentuan. Kadar minyak dalam krbon tetraklorida kemidian diukur

secara fotometris pada 3,46 U (the C.H stretching frequency) dengan menggunakan spectrometer infra merah.

2. Alat-alat

- 2 bublers seperti tampak pada gambar 6
- Botol Drechsel, kapasitas 250 ml
- Meteran arus jenis ambang, mampu untuk mengukur arus karbon dioksida dari 200 sampai 2000 liter per menit
- Meteran gas, dikalibrasi 1 atau 2,5 liter tiap putaran
- Spectrometer infra merah dan perlengkapan untuk mengukur pada 3,46 U.

3. Reagen

a. Karbon tetraklorida yang telah disuling bermutu reagen anallitis. Reagen ini tidak menunjukkan puncak penyerapan infra merah pada 3,46 U.

b. Larutan minyak standar. Larutkan 0,0200 g paraffin cair, BP dalam karbon tetraklorida dan encerkan sampai 100 ml dengan karbon tetraklorida. 1 ml larutan ini = 200 Ug minyak.

4. Prosedur

a. Pengambilan Contoh

Ambillah contoh menurut metoda yang terurai dalam A.4. Kira-kira 700 sampai 1000 gram bahan diperlukan untuk tiap penentuan.

CATATAN Catatan : Seperangkat silinder sebaiknya dimiliki untuk pengambilan contoh guna menentukan kadar minyak dan tidak dipakai untuk hal lain.

b. Penyiapan larutan uji

Tempatkan 100 ml karbon tetrakllorida dalam botol Drechsel dan 25 ml dalam tiap bubbler. Tunjanglah silinder pengambilan contoh yang telah ditimabng itu dengan diptube valve di atas, hubungkan valve bagian bawah silinder yang tebal ditimbang dengan T-piece dari alat penguap dan dari sana ke botol.

Drechsel, kedua bbubbler, meteran arus dan meteran gas dalam rangkaian seri menurut urutan dengan menggunakan sambungan-sambungan karet yang pendek. Bila alat penguapan dijalankan untuk penentuan, tidak ada karbondioksida yang boleh lewat ke atmosfir melalui kaki T-piece.

Cara lain untuk penentuan, ini siinder contoh boleh ditunjang vertical (tegak lurus) dengan volve dip-tube pada bagian bawah; bila rangkaian alat penyerap pada volve bagian atas silinder, sehingga karbondioksida yang bersifat sebagai gas itu dapat hilang.

Timbanglah silinder, kembangkan seluruh isi silinder melalui alat penyerap pada tingkat aliran sekitar 1000 ml/menit, dan bacalah skala volume gas yang lewat; ini gunanya untuk memeriksa jumlah karbondioksida yang dipakai untuk pengujian.

CATATAN 1 penyerapan karbon tetraklorida , akan terjadi jika hal ini malampaui batas , tutuplah arus gas dan isilah kembali botol penyerap dan catat volume karbon tetra klorida yang ditambahkan.
CATATAN 2 mengingat sifat racun yang ada pada karbon tetra kklorida, maka gas keluar dari penetapan ini harus dikeluarkan ke udara luar.

Timbang ulanglah silinder pengambilan contoh dengan memakai kran dan fitting yang sama seperti pada penimbangan pertama. Pindahkan volve yang tidak berhubungan dengan dip-tube dan cuci bagian dalam silinder dengan 25 ml karbon tetraklorida. Cucilah bagian dalam alat penguapan dank ran-kran dengan menggunakan karbon tetraklorida dan campurlah larutan ini dengan hasil cucian silinder dan isi bubler. Aturlah larutan campuran menjadi volume tertentu yang dapat digunakan setelah penguapan terlebih dahulu; jika dipandang perlu untuk digunakan spectrometer infra merah khusus. Inilah yang menjadi larutan uji.

c. Persiapan Kontrol

Uapkan sejumlah volume karbon tetraklorida yang sama dengan volume total (termasuk tambahnya) karbon tetrakloridayang digunakan dalam rangkaian alat penyerap ditambah hasil cucian pada volume larutan campuran (lihat b di atas).

Dan selanjutnya kerjakanlah dengan cara yang sama seperti larutan uji.

d. Pengukuran penyerapan infra merah dari larutan uji

Dengan mengikuti petunjuk pabrik pembuat alat dalam menjalankan alat-alat khusus yang digunakan, tentukanlah kepekatan optic larutan uji dan amatilah pada penyerapan panjang gelombang maksimum (kira-kira 3,46 U).

Dari grafik kalibrasi hitunglah masa dari minyak yang ada dalam volume total dari kedua larutan uji dan control.

e. Persiapan bagan kalibrasi

Siapkan enceran larutan minyak standar untuk menutup kisaran nilai-nilai (range of values) dalam mana masa minyak dalam contoh diharapkan ditemukan. Ukurlah kepadatan optic rangkaian larutan-larutan ini seperti tercantum dalam d di atas. Siapkan bagan kalibrasi dengan menempatkan masa minyak terhadap kepadatan optiknya.

D.5. Perhitungan

$$\text{Kadar minyak, bagian per juta dalam massa} = \frac{M_4 - M_5}{M_6}$$

Di mana
M_4 = massa minyak dalam larutan uji (microgram)
M_5 = massa minyak dalam control (microgram)
M_6 = massa contoh yang diambil (gram)

E. Metode Untuk Penentuan Senyawa Belerang

E.1. Garis besar metoda

Setiap senyawa belerang yang ada dikurangi dengan melewatkan volume contoh dan hydrogen murni yang sama melalui wol silica pada 900°C.

Hydrogen sulfide yang dihasilkan kemudian dipindahkan dengan melewtkan gas-gas melalui larutan cadmium klorida netral. Belerang ditentukan dengan menambahkan sejumlah larutan iodine yang diketahui dan menentukan kelebihan iodine dengan titrasi oleh larutan sodium thiosulfat.

E.2. Alat-alat

Alat digambarkan dalam gambar 7.

a. meteran arus, tipe ambang, yang sesuai untuk mengukur arus 200 – 2000 ml per menit.

b. Meteran arus, tipe ambang, yang sesuai untuk mengukur arus karbondioksida 200 – 2000 ml/menit.

c. Dua tabung penangas, dari silica transparent, masinng-masing 50 cm panjang, diameter bagian dalam 16 mm dengan salah satu ujung dikurangi sampai 3 mm diameter bagian dalamnya. Tempatkan lapisan isolax wol silica yan longgar, tidak kurang dari 20 cm panjangdalam tabung dengan sumbat kecil wol silica dekat ujung yang lebar untuk mengurangi pemanasan radiasi sambungan polyvinyl klorida.

d. Penangas dan control. Sebuah penangas tabung ganda, kira-kira 46 cm panjang, yang operasikan pada 900°C dan dilengkapi dengan indikator thermocouple dan temperature.

e. Menara soda kapur atau tabung penyerap yang sesuai

f. Tabung “Y”

g. Penyerap, seperti pada gambar 6

h. Buret 10 ml

i. Pipet 2 ml

E.3. Reagen

Reagen yang dipakai haruslah reagen kuallitas analitis yang diakui. Air menurut syarat SII.0075-75 mestilah dipakai seluruhnya.

a. Hidrogen, gas yang dihasilkan secara elektrolit

b. Asam hidrokloris, terkonsentrasi, d=1,18

c. Soda kapur, gumpalan atau soda asbestos (untuk lewat/lolos dalam saringan B.S. ukuran 8-14 mesh)

CATATAN soda kapur atau soda asbestos hendaknya tidak dipakai untuk penentuan lain di mana oksigen dipakai, karena mungkin akan menimbulkan ledakan.

d. larutan cadmium klorida netral, 50 g/l. larutkan 5 g Cadmium klorida dalam 100 ml air dan teteskan kira-kira N larutan sodium hidroksida sampai pemburaman (cloudiness) pertama terjadi.

e. Sodium thiosulfat, 0,02 N larutan

f. Iodine, 0,02 N larutan

g. Larutan indikator kanji. Buatlah pasta 1 g kanji yang dapat larut dengan sedikit air dan tuangkan pasta dengan terus mengaduknya dalam 100 ml air mendidih dan didihkan selama 1 menit. Biarkan dingin.

E.4. Prosedur

a. Pengambilan contoh

Tempatkan contoh dalam silinder dengan metoda yang diuraikan dalam A.4. Kira-kira 120 g bahan diperlukan untuk tiap penetapan.

Sambunglah jalan keluar alat pennguapan pada alat seperti tampak pada gambar 7. semua sambungan harus sependek-pendeknya dan polyethylene atau polivinil klorida harus digunakan.

b. Penentuan

Tempatkanlah 25 ml Cadmium klorida netral dalam menyerap dan hubungkanlah dengan alat. Lewatkan hydrogen pada 500 ml/menit melalui tabung penangas yang dingin selama 5 menit untuk memurnikan system udara sebelum pemanasan dimulai. Naikkanlah suhu penangas sampai 900°C.lewatkanlah karbon dioksida dan hydrogen ke dalam system itu pada tingakat arus yang tetap dan diketahui tepat (500 ml/menit untuk tiap gas) selama 2 jam dengan tungkunya dipertahankan pada suhu 900±10°C.

Catat waktu permulaan dan pengakhiran eksperimen atau kembangkanlah sejumlah berat karbondioksida yang sudah diketahui melalui alat. Putuskan hubungan dengan bubbler dan tutup silinder hydrogen. Pindahkan pancaran dari penyerap dan cuci dengan sedikit air dengan menambahkan air cucian pada sisa larutan cadmium klorida. Dengan pipet, tambahkan 2 ml iodine pada bubler dilanjutkan dengan 2 ml asam hidroklorid yang terkonsentrasi. Kemudian titrasi excess iodine dengan larutan sodium thiosulfat, dengan indikator kanji.

E.5. Perhitungan

Persenyawaan sulfur dinyatakan sebagai sulfur bagian per juta dalam massa.

$$= \frac{320(2,00 - T)}{M_1}$$

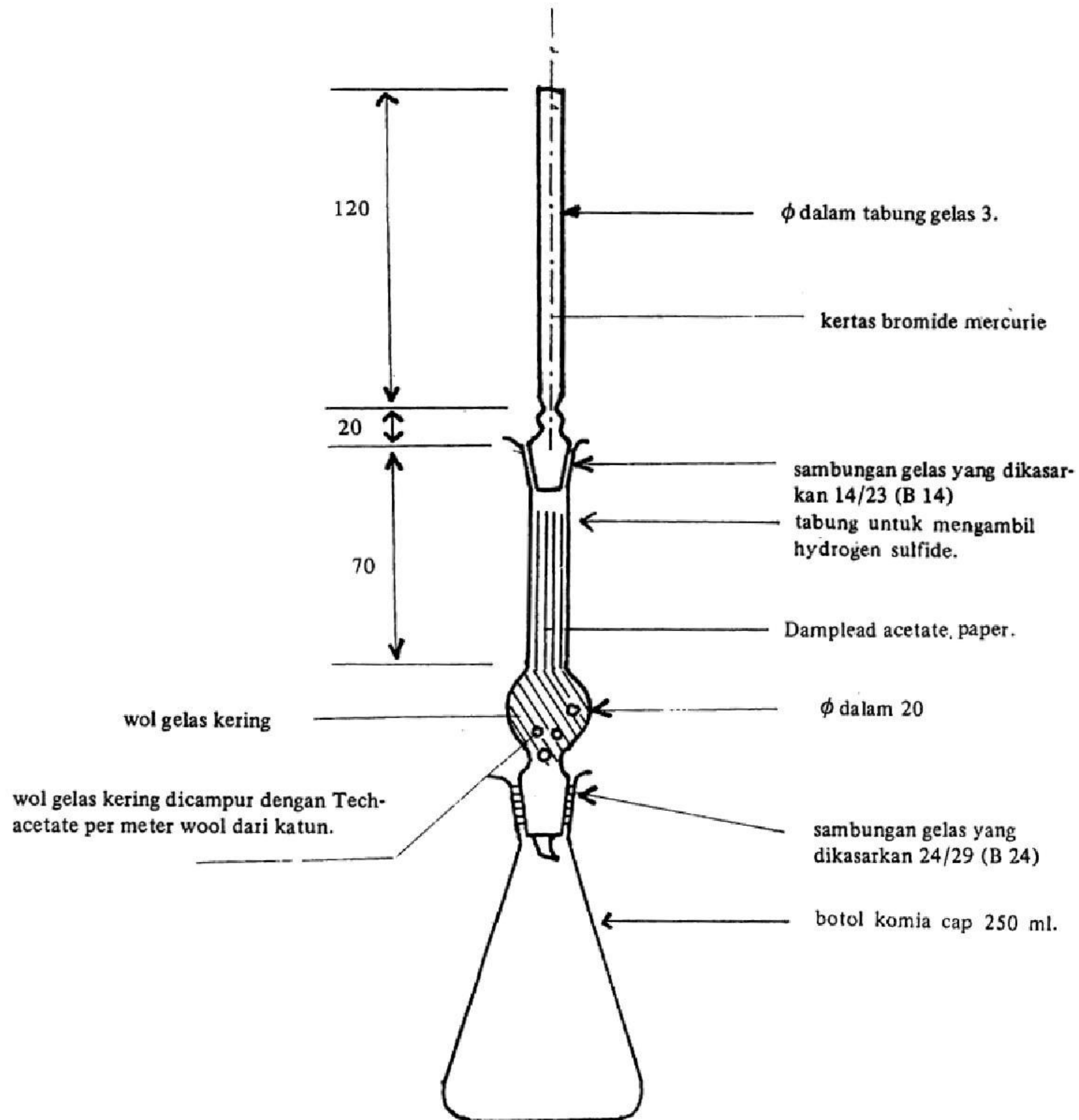
Di mana

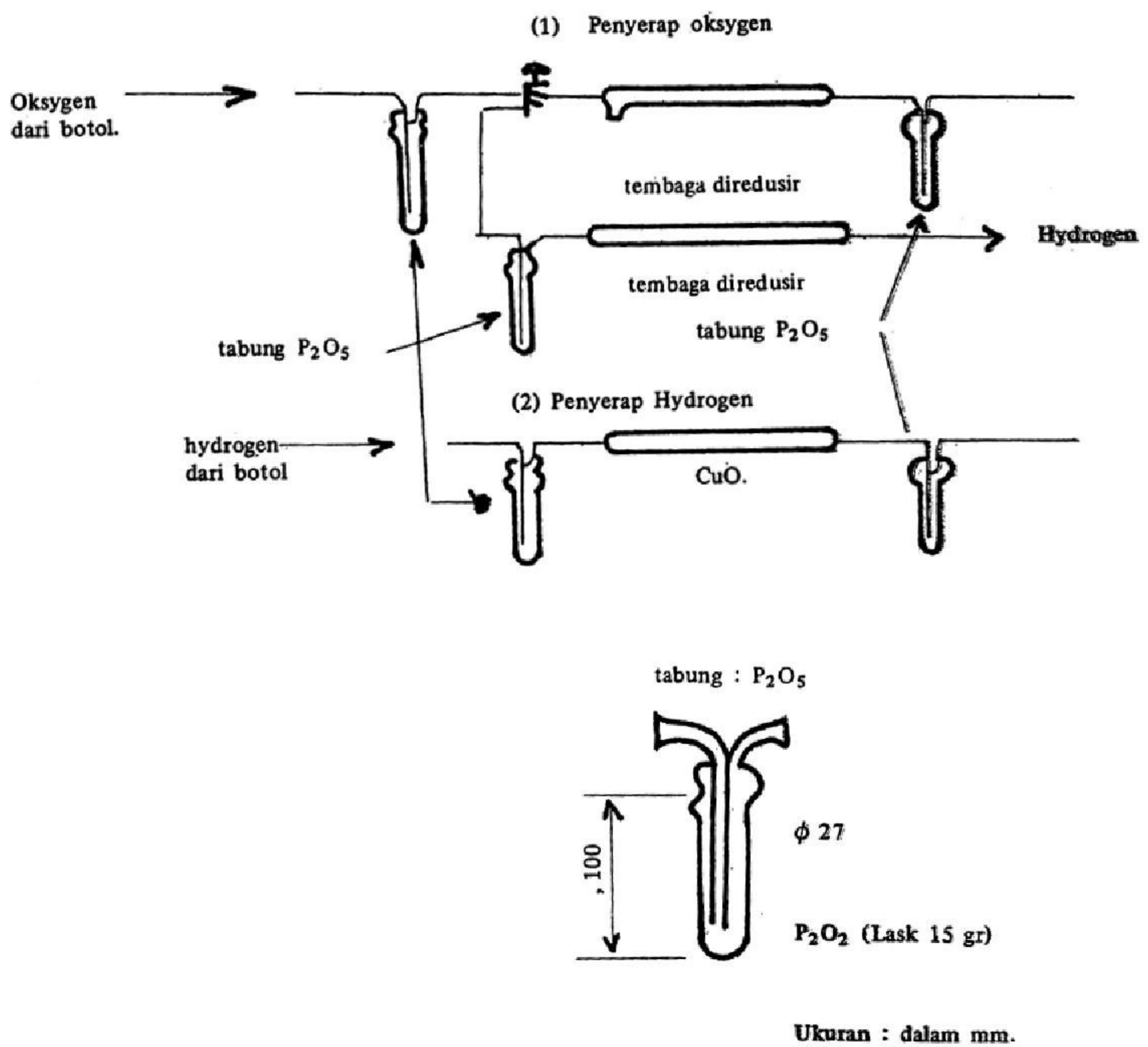
T = volume sodium thiosulfat 0,02 N yang digunakan (ml)
M_1= massa contoh. Ini didapat dengan menghitung atau menimbang langsung dengan menggunakan rumus dalam gram:

M7 = 0,000184 × A × t

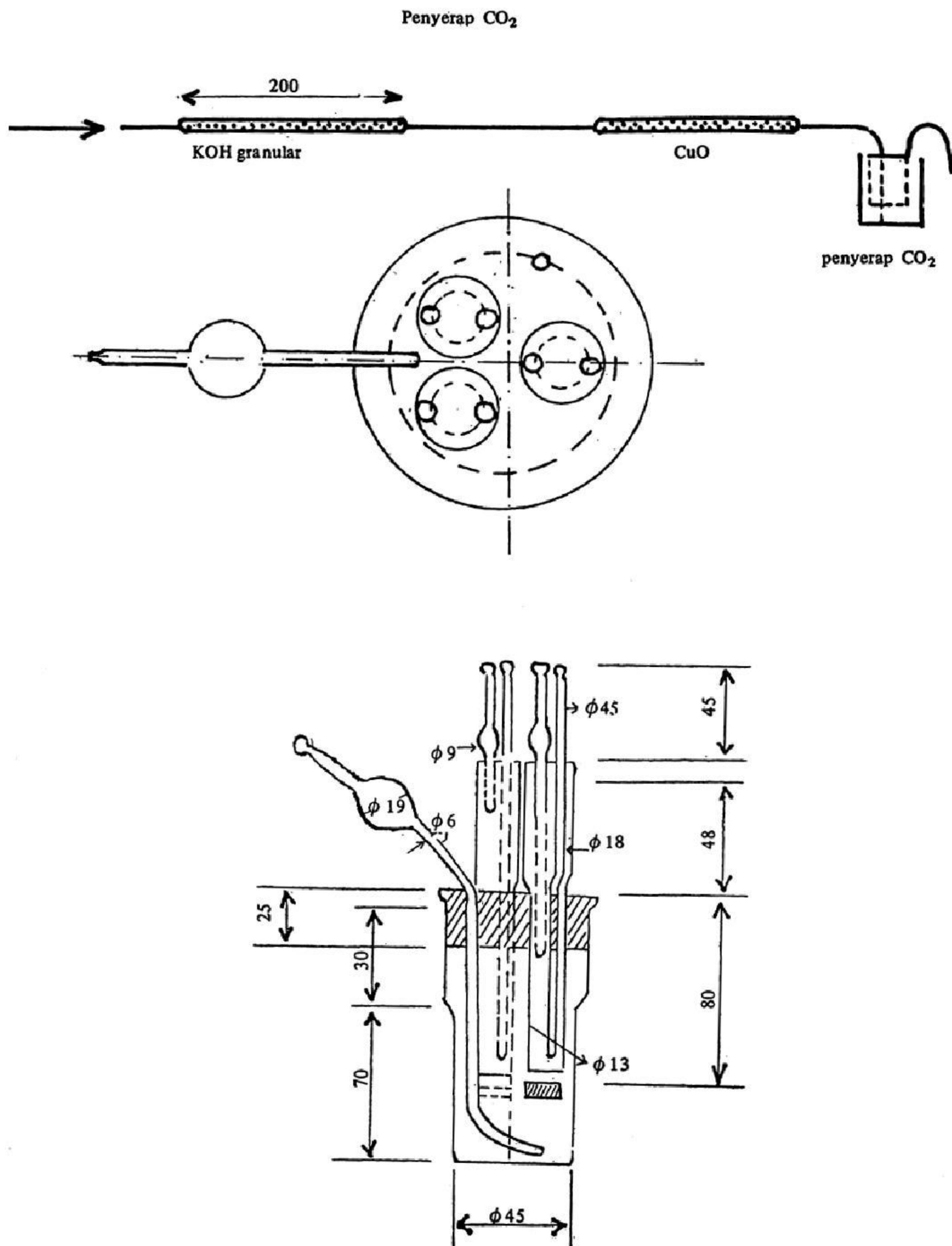
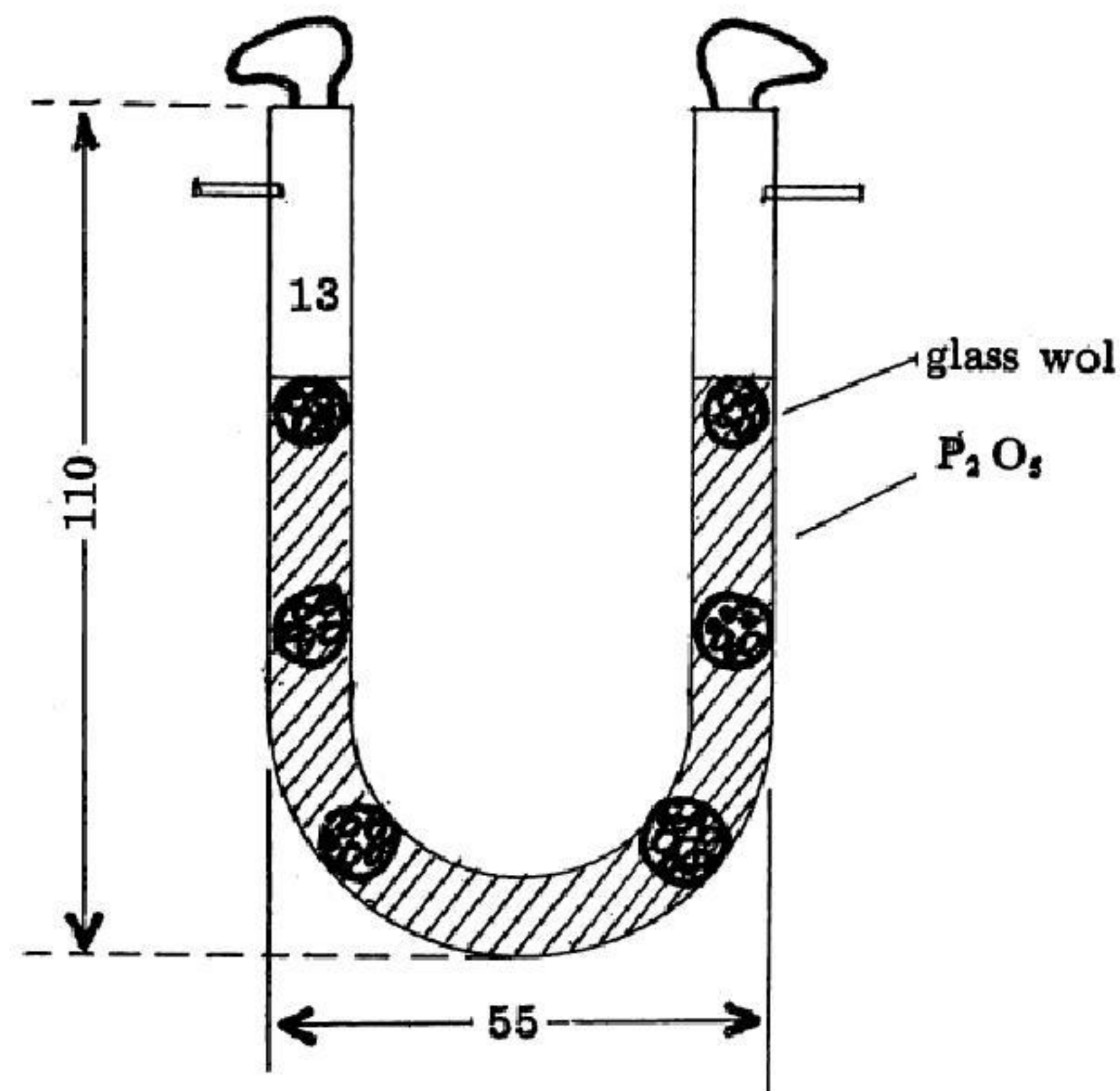
Di mana

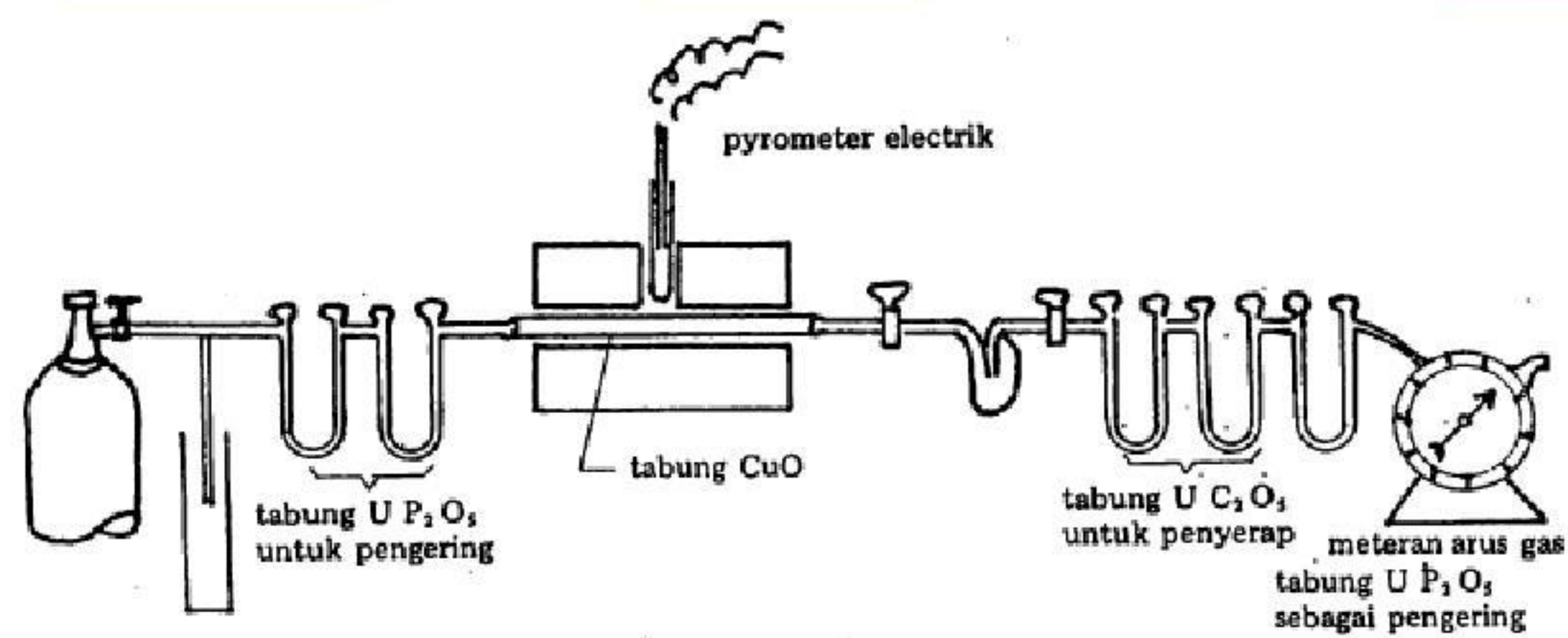
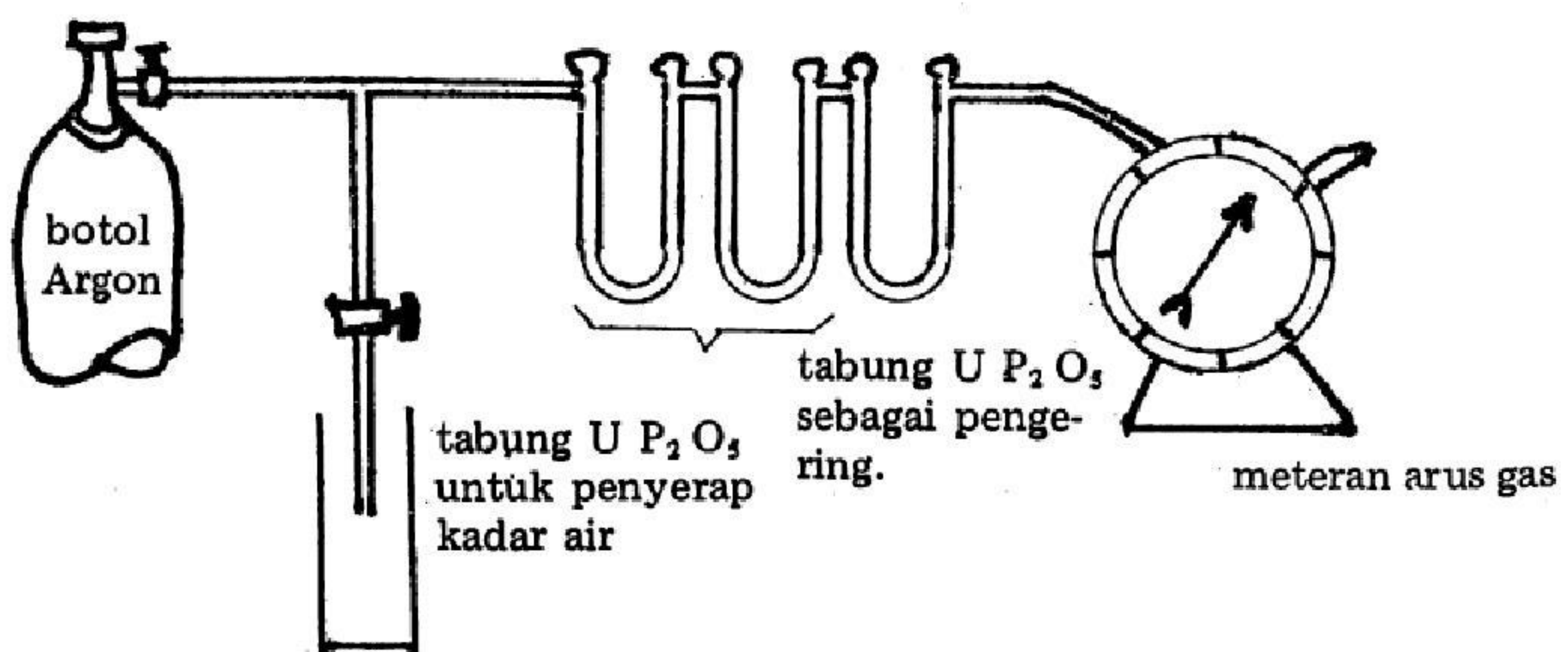
A = tingkat arus/menit pada 20°C dan 760 mmHg dari CO_2 (ml)
dan
t = waktu aliran (menit)

Lampiran 1

Gambar : Alat untuk menetapkan Arsen
(semua surensi dalam mm)

Lampiran 2

Gambar : Alat untuk menetapkan impurities

Lampiran 3

Penyerap CO_2
200
KOH granular
CuO
penyerap CO_2
φ45
φ9
φ19
φ6
φ18
φ13
45
48
80
25
30
70
φ45

ukuran dalam mm

Gambar : Tabung U P_2O_5 untuk menyerap kadar air

Gambar : Alat untuk menetapkan kadar hydrogen

Gambar : Alat untuk menentukan kadar air